

PCT

世界知的所有権機関

国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



(51) 国際特許分類6

B29B 17/02

A1

(11) 国際公開番号

WO96/12598

(43) 国際公開日

1996年5月2日(02.05.96)

(21) 国際出願番号

PCT/JP95/02148

(22) 国際出願日

1995年10月19日(19.10.95)

(30) 優先権データ

特願平6/255448

1994年10月20日(20.10.94)

JP

(81) 指定国

JP, US, 欧州特許(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

添付公開書類

国際調査報告書

(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)

帝人化成株式会社(TEDJIN CHEMICALS, LTD)[JP/JP]

〒100 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 Tokyo, (JP)

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ)

四ノ宮啓正(SHINOMIYA, Hiromasa)[JP/JP]

小田隆司(ODA, Takashi)[JP/JP]

中土智博(NAKADO, Tomohiro)[JP/JP]

〒100 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号

帝人化成株式会社内 Tokyo, (JP)

(74) 代理人

弁理士 大島正孝(OHSHIMA, Masataka)

〒160 東京都新宿区四谷四丁目3番地

福屋ビル 大島特許事務所 Tokyo, (JP)

BEST AVAILABLE COPY

(54) Title: METHOD FOR RESIN RECOVERY

(54) 発明の名称 樹脂の回収法

(57) Abstract

A method for recovering a resin from a resin plate made by coating at least one side of a water-swellaable transparent resin substrate with either a thin-film metal layer or a printed coating layer or both of them, which method comprises the step of rolling the resin plate, the step of swelling the plate, the step of pressing the swollen plate, the step of contacting the pressed plate with hot water, and the step of removing the resin. The method enables the resin component to be recovered from a recording medium (e.g. disk) having a substrate made from a transparent resin such as a polycarbonate resin in a simplified process scarcely causing deterioration, thus permitting recycling thereof.

(57) 要約

水膨潤性の透明樹脂製の基板の少なくとも片面に、金属薄膜層、印刷塗膜層または金属薄膜と印刷塗膜との層が被覆された樹脂板から該樹脂を回収するにあたり、該樹脂板を圧延する工程、水によって膨潤させる工程、加圧する工程、加熱水と接触させる工程および分離する工程よりなることを特徴とする前記樹脂板からの樹脂の回収法。

この方法によって、ポリカーボネート樹脂等の透明樹脂製の基板の記録媒体（例えばディスク）から樹脂成分を簡単なプロセスによって、劣化が殆ど起こらず、回収でき、しかも再利用可能となる。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を特定するために使用されるコード

AL	アルバニア	DK	デンマーク	LK	スリランカ	PT	ポルトガル
AM	アルメニア	EE	エストニア	LR	リベリア	RO	ルーマニア
AU	オーストラリア	ES	スペイン	LS	レソト	RU	ロシア連邦
AZ	アゼルバイジャン	FI	フィンランド	LT	リトアニア	SD	スーダン
BB	バルバドス	FR	フランス	LU	ルクセンブルグ	SE	スウェーデン
BE	ベルギー	GA	ガボン	LV	ラトヴィア	SG	シンガポール
BF	ブルキナ・ファソ	GB	イギリス	MC	モナコ	SI	スロベニア
BG	ブルガリア	GE	グルジア	MD	モルドバ	SK	スロバキア共和国
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	MG	マダガスカル	SN	セネガル
BR	ブラジル	HU	ハンガリー	MK	マケドニア共和国	SZ	スワジランド
BY	ベラルーシ	IE	アイルランド	ML	マリ	TD	チャド
CA	カナダ	IT	イタリア	MR	モーリタニア	TG	トーゴ
CC	中央アフリカ共和国	JP	日本	MW	モザンビーク	TM	トルクメニスタン
CG	コンゴ	KE	ケニア	MX	メキシコ	TR	トルコ
CH	スイス	KG	キルギスタン	NE	ニジェール	TT	トリニダード・トバゴ
CN	中国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NL	オランダ	UG	ウガンダ
CO	コロンビア	KZ	カザフスタン	NO	ノルウェー	UZ	ウズベキスタン共和国
CZ	チェコ共和国	LI	リヒテンシュタイン	NZ	ニュージーランド	VN	ベトナム
DE	ドイツ			PL	ポーランド		

- 1 -

明 細 書

樹脂の回収法

技術分野

- 本発明は、樹脂板からの樹脂の回収法に関する。さらに詳しくは、
- 5 少なくとも片面に、金属薄膜層、印刷塗膜層またはこれら両方の膜層が被覆された樹脂板から、樹脂成分を選択的に回収する方法に関する。

背景技術

- 従来、レーザー光によってディスク基板上に設けた微細な凹凸を
- 10 検出して音声や画像を再生する方式、基板面に設けた情報記録層により情報を記録・再生する方式、または記録された情報を消去したり重ね書きできる方式などの種々の情報記録媒体が開発および市販されている。かかる情報記録媒体は極めて高密度の記憶容量および極めて高品質のものが要求されるために微少な欠陥を有しても不良
- 15 品とならざるを得ない。さらには高品質を維持する目的で生産工程の各所より抜き取られる検査用サンプルも多量にならざるを得ない。特に再生専用のコンパクトディスクは多量に生産されており、サンプル、不良品および市場などからの回収品など多量の樹脂板の処理が問題になっている。

- 20 従来、かかる記録媒体はポリカーボネート樹脂、ポリメチルメタクリレート樹脂、非晶性ポリオレフィン樹脂などの透明樹脂で製造されており、なかでもポリカーボネート樹脂はコンパクトディスクに使用され大規模な生産が行われる一方で、多量のサンプル、不良品などが同時に発生している。これらサンプル、不良品などの処理
- 25 は、情報記録層や反射層を付与する前の透明な光学基板ではそのまま粉碎またはリベレット化して一般のポリカーボネート樹脂や他樹脂とのアロイに混合して問題なく再使用できる。しかしながら、情

報記録層や反射層を付与しさらにUVコートなどの保護コート層を施した樹脂板（以下、“被覆された樹脂板”ということがある）の再使用は著しく制限される。また、UVコートした樹脂板は、UVコート層がポリカーボネート樹脂と非相溶であるため、単に一般の
5 ポリカーボネート樹脂に混合したのでは得られる成形品の表面に凹凸が発生して外観を著しく損ねるようになる。

そこで、情報記録層、反射層や保護コート層を樹脂板から除去し、樹脂自体を回収しようとする提案がなされている。

以下にそのいくつかの提案について説明する。

- 10 (i) 特開平4-305414号公報（欧州特許第476,475号、米国特許第5,151,452号）、特開平5-200379号公報（欧州特許第537,567号、米国特許第5,214,072号）および特開平6-223416号公報（欧州特許第601,719号、米国特許第5,306,349号）：

- 15 これらの方法は、被覆された樹脂板を、例えば酸またはアルカリの水溶液で化学的に処理する方法である。すなわち、これらの方法は情報記録層や反射層の金属部を溶解することによってUVコート層やレーベル印刷層を除去する方法であり、金属部がない部分やコートテスト、レーベル印刷テストなどに供された樹脂板の不良品などの層除去ができない欠点を有すほか処理後の中和処理や排水の中
20 和工程を必要とするなどランニングコストのアップが避けられなかった。

(ii) 特開平5-345321号公報：

- 25 この方法は、被覆された樹脂板を長時間熱水中に浸漬する方法であり、前記した方法における中和処理を要しない点では優れている。しかしながら、この方法は熱水中に長時間浸漬するためポリカーボネート樹脂基板の場合、分子量低下や白化が起き易い欠点があった。

(iii) 特開平5-210873号公報および米国特許第5,203,067号明細書：

これらの方法は、被覆された樹脂板の被覆層表面を機械的に刃物
や研磨材を用いて切削・研磨して除去する方法である。これらの方
法は切削面を読み取るための装置や樹脂板の面を反転する装置を必
要とするため初期投資額が大きくなり、さらに切削により樹脂回収
5 率が低下するなどデメリットもあり普及されにくい状況にあった。

発明が解決しようとする課題

前記した被覆された樹脂板からの樹脂の回収方法は、経済的かつ
工業的に満足すべき方法とは云えず、さらに樹脂の再利用という観
点からは品質並びに回収率において納得し難いものであった。殊に
10 再利用される樹脂成形品が透明性や高品質を要求される場合、従来
の方法は不適當な方法であった。

これら従来提案された方法は、いずれも実用的でなく、そのため、
サンプリングによる樹脂板、不良品としての樹脂板および回収され
た樹脂板の大部分は産業廃棄物として処理されており、今後の光学
15 的記録媒体の増加を考慮すると大きな問題である。特に資源の有効
活用や地球環境保全の点から重大な問題である。

そこで本発明の第1の目的は、被覆された透明性樹脂板からその
被覆層を効果的に除去し、樹脂成分を選択的に回収しうる工業的に
有利な方法を提供することにある。

20 本発明の第2の目的は、被覆された透明性樹脂板から樹脂の品質
を実質的に劣化させることなく、しかも被覆層を実質的に含まない
ようにして回収しうる方法を提供することにある。

本発明の第3の目的は、公害の発生が起こらず、かつ環境の保全
に役立つ方法で、被覆された透明性樹脂板から樹脂成分および被覆
25 層成分を分離する方法を提供することにある。

本発明の他の目的は、被覆された透明性樹脂板から樹脂を回収し
さらにその樹脂を再利用する方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

本発明者らの研究によれば、前記本発明の目的は、水膨潤性の透明樹脂製の基板の少なくとも片面に、金属薄膜層、印刷塗膜層または金属薄膜と印刷塗膜との層が被覆された樹脂板から該樹脂を回収

5 するにあたり、下記工程

(a) 該樹脂板を少なくとも1つの一対のローラー間を通過させることによって圧延させる工程（A工程）、

(b) 前A工程で得られた樹脂板を加熱された水または水蒸気と接触させて該樹脂を膨潤させる工程（B工程）、

10 (c) 前B工程で得られた膨潤した樹脂板を少なくとも1つの一対ローラー間を通過させることにより該樹脂板を加圧させる工程（C工程）、

(d) かくして得られた樹脂板を流動する加熱水と接触させる工程（D工程）および

15 (e) 被覆した層が剝離した樹脂板を分離する工程（E工程）

よりなる前記樹脂板からの樹脂の回収法によって達成されることが見出された。

以下、本発明方法についてさらに詳細に説明する。

20 本発明において対象とする樹脂板は、水膨潤性でかつ透明な樹脂よりなる基板であって、その片面或いは両面に、被覆層を有しているものである。前述したように、被覆層を有する樹脂は、その製造過程において検査のためのサンプル、不良品として得られるものでもよく、また製品として回収されたものであってもよい。また一部として被覆層を有しない樹脂板が混在していてもよい。

25 樹脂の水膨潤性は吸水率で表わして0.05重量%以上、好ましくは0.08重量%以上であるのが本発明方法を実施するために望ましい。また、樹脂板の厚さは、通常記録媒体として使用されているものであれば特に制限されないが、一般には0.5～3mm、好ましくは0.6～2mmの範囲である。樹脂板の形状はディスク型の平板で

あり、そのまま本発明の回収方法に供することができる。

記録媒体として使用される樹脂板の表面には、通常金属薄膜、例えばアルミニウム、Te、Fe、Co、Gd、SiN、ZnS-SiO₂、GeSbTe、ZnSおよびアルミニウム合金などがあり、
5 アルミニウムが適している。また、薄膜はスパッタリング、蒸着などの手段で形成させることができる。一般にはこの金属薄膜は0.4~2 μmであり、その金属薄膜の表面には保護膜が被覆されている。この保護膜は、通常アクリル系樹脂のUVコート膜が使用され、5~10 μmの厚みを有している。

10 さらに、樹脂板には、直接或いは上記金属薄膜上に印刷層が形成されている。この印刷層は一般にレーベル印刷とも云われており、その印刷層は一般に5~30 μm、好ましくは10~25 μmの厚さを有している。この印刷層を形成する塗膜は、例えばアクリル系塗料、アクリル-ビニル系塗料、ビニル系塗料、ポリエステル系塗料、
15 メラミン系塗料、エポキシ系塗料およびウレタン系塗料が使用されている。

本発明では、前記したように、樹脂板上に前記金属薄膜層（その上の保護コート層も含む）、印刷塗膜層または金属薄膜層と印刷塗膜層との層が形成されて被覆されているものを回収の対象としている。
20 本発明によれば、このような被覆された樹脂板から、被覆層を実質的に除去して樹脂板を選択的に回収することができる。

被覆された樹脂板としては、具体的には、例えば再生専用方式のものではコンパクトディスク、ミニディスク、レーザーディスクなどのROMディスクがあり、記録および再生方式のものではCD-R、
25 ライトワンスディスクなどのDRAMディスクがあり、書き換え可能方式のものでは光磁気ディスク、相変化光ディスクなどのE-DRAWの光ディスクが挙げられる。かかる樹脂板の基板を構成する材料は透明な樹脂であればよい。通常ポリカーボネート樹脂、ポリメチルメタクリレート樹脂、非晶性ポリオレフィン樹脂などが

使用されている。その中でもポリカーボネート樹脂またはポリメチルメタクリレート樹脂が好ましいが、ポリカーボネート樹脂が最も好ましい。

- かかるポリカーボネート樹脂は、通常熱可塑性の芳香族ポリカーボネート樹脂成形品として使用されるものであればよく、一般に2価フェノールとカーボネート前駆体とを溶液法或いは熔融法により反応させて製造され、いずれの方法によって得られたものであっても同じように使用することができる。

- この芳香族ポリカーボネート樹脂の製造に使用される2価フェノールの代表的な例としては、 hidroキノン、レゾルシノール、4,4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)プロパン〔通称ビスフェノールA〕、2,4-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-2-メチルブタン、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-シクロヘキサン、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、 α,α' -ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-*o*-ジイソプロピルベンゼン、 α,α' -ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-*m*-ジイソプロピルベンゼン、 α,α' -ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-*p*-ジイソプロピルベンゼン、2,2-ビス-(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、2,2-ビス-(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-メタン、2,2-ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、2,4-ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-2-メチルブタン、1,1-ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-シクロヘキサン、1,1-ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、 α,α' -ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)

- 7 -

5 -*o*-ジイソプロピルベンゼン、 α, α' -ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-*m*-ジイソプロピルベンゼン、 α, α' -ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-*p*-ジイソプロピルベンゼン、2,2-ビス-(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、2,2-ビス-(3,5-ジプロモ-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-スルホン、ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-サルファイド、ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-エーテル、ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-ケトンおよびビス-(4-ヒドロキシフェニル)-スルホキシド等が挙げられ、これらは単独又は2
10 種以上を混合して使用できる。

なかでもビスフェノールAの単独重合体やビスフェノールA、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-シクロヘキサン、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロ
15 ヘキサン、 α, α' -ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-*m*-ジイソプロピルベンゼン、2,2-ビス-(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、2,2-ビス-(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロパン、2,2-ビス-(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)-プロパンおよび2,2-ビス-(3,5-ジプロモ-4-ヒドロキシフェニル)-プロパンから選ばれた
20 少なくとも2種以上のビスフェノールより得られる共重合体、特に1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサンとビスフェノールA、 α, α' -ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-*m*-ジイソプロピルベンゼンまたは2,2-ビス-(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロパンとの共重合体
25 が好ましく使用される。

また、カーボネート前駆体としては、カルボニルハライド、ジアリールカーボネートまたはハロホルメートなどが挙げられ、具体的にはホスゲン、ジフェニルカーボネート、2価フェノールのジハロ

ホルメートおよびそれらの混合物などである。ポリカーボネート樹脂を製造するにあたり、適当な分子量調節剤、分岐剤、反応を促進するための触媒なども通常の方法に従って使用できる。かくして得られた芳香族ポリカーボネート樹脂の2種以上を混合しても差し支えない。

本発明は、前記した被覆された樹脂板をそのまま下記A工程～E工程によって被覆層を樹脂板から剝離することができ、樹脂を単離し回収することができる。

以下各工程について説明する。

10 A工程：

この工程は、被覆された樹脂板を少なくとも1つの一對ローラー間を通過させることによって圧延する工程である。この圧延工程では樹脂板のローラーによって圧延される長さが元の長さに対して1.05～2倍、好ましくは1.1～1.8倍となるように圧延される。

15 一對ローラーの間隙は、樹脂板が前記範囲で圧延されるように、樹脂板の元の厚さよりも約0.6～約0.95倍、好ましくは約0.7～約0.9倍の間隙であるのが望ましい。この際ローラーの温度は30～150℃、好ましくは60～140℃の温度に維持されるのが望ましい。ローラーは一對でも或いは2～3対でもよい。一對ローラーを用いて数回通過させることもできる。

20 一對ローラーの回転方向は、通常互いに異なる方向であり、2つのローラーは同じ円周速度で回転していてもよく、円周速度に差を有していてもよい。その場合、円周速度の差は速度が小さい円周速度に対して、速度が大きい円周速度の倍率が1.05～2倍程度であってもよい。しかし、本発明のA工程において一對ローラーの円周速度の差は、特に必要ではなく、実質的に同じでもよい。しかし一對ローラーの円周速度に差をつけると、より剪断が生じ易く有利になることがある。特に制限されないが相対するローラー間隙が0.9 mmでは周速差1 cm/sec以上が好ましい。特に好ましくは3

25

5 $\sim 10 \text{ cm/sec}$ であり、 15 cm/sec を超えると極端な反り現象が生じ、以降の取扱いが困難になり好ましくない。圧延回数は多い方が有利であるが、ほとんどの場合、数回圧延すれば効果は十分得られるが、圧延方向を単一方向のみではなく、多方向に圧延させる方が剝離し易く有利である。さらにローラーを加熱し表面温度を樹脂のガラス転移温度以下に保つことは圧延する際の圧力を低減し機械寿命を延ばす点で有利である。

10 使用されるローラーは、工業的に使用されるものであればよく、基本的には樹脂板より硬く、変形を起こさない材質のものであれば特別なものを必要としない。例えば鋼材、メッキ鋼、ステンレス鋼などが挙げられる。なかでも錆防止の面でステンレス鋼が好ましい。

ローラーの表面は、鏡面、ナシ地加工された面或いはその他の凹凸加工が施されていてもよいが鏡面であるものが通常使用される。

15 このA工程では樹脂板を圧延し、その長さ方向に圧延することが必要であり、樹脂板の表面、殊に被覆層と樹脂板に応力を掛けることは特に必要ではない。

B工程：

20 前記A工程で得られた樹脂板（以下“圧延された樹脂板”ということがある）は、加熱された水または水蒸気と接触させて樹脂に吸水させ膨潤させる。このB工程は、特別の装置や薬剤を必要とせず、適当な大きさの容器（または槽）が利用される。加熱した水が使用される場合、容器中で圧延された樹脂板を浸漬すればよい。また加熱水或いは水蒸気を樹脂板に吹付ける方法であってもよい。浸漬の程度は特に制限がなく、要は樹脂板と、施された被覆層との間に吸水膨張度に差が生ずることが重要である。また、この時に水温を高
25 めることは浸漬処理が短時間で済むようになるので有利であり、無制限に高温や長時間浸漬することは無意味である。樹脂板のガラス転移温度以下が融着などを避ける意味で好ましく、浸漬時間は30分以内が好ましい。50～120℃の温度で、好ましくは70～9

5℃の温度であり、2～20分が実用的である。

5 B工程において樹脂の膨潤に使用される水は水蒸気であってもよい。また水は樹脂を溶解せずかつ水に可溶な他の溶媒を20重量%以下、好ましくは10重量%以下を含有していてもよい。かかる他の溶媒としては、例えばアルコール、グリコールあるいはケトンなどがあり、透明樹脂が芳香族ポリカーボネート樹脂の場合は、アルコールがよい。

10 前記B工程において、被覆層の一部が樹脂板から剥離することがある。その場合剥離した被覆層の断片を水洗などの操作で除去してもよい。また、加熱水中で膨潤操作を行った場合、圧延された樹脂を容器中から取出すのみで剥離した被覆層片を除くこともできる。

かくして被覆層の一部が剥離したか或いは剥離し易くなった樹脂板は、次のC工程へ送られる。

C工程：

15 このC工程は、前記B工程を経た膨潤した樹脂板を少なくとも1つの一対ローラー間を通過させることによって加圧させる工程である。この工程によって剥離し易くなった被覆層が、次のD工程において完全に樹脂板から離脱することが可能となる。

20 このC工程における加圧は、少なくとも1つの一対ローラー間に膨潤した樹脂板を通過させることによって行われる。この際使用される一対ローラーは前記A工程で説明したものと同一形式のものを使用することができる。

25 このC工程において、樹脂板は一対ローラーによって加圧され圧縮される。その圧縮率は5～50%、好ましくは10～30%の範囲が適当である。ここで、圧縮率(%)とは下記式によって表わされる。

圧縮率 (%) =

$$\left[\frac{(\text{元の樹脂板の厚み}) - (\text{圧縮後の樹脂板の厚み})}{\text{元の樹脂板の厚み}} \right] \times 100$$

圧縮率が50%を超えると、樹脂板が割れる恐れがあるので望ましくない。

- 5 前記圧縮率で加圧するごとに膨潤した樹脂板はさらに圧延されることになる。このC工程は、C工程の前後において圧延方向に対して長さが1.01~1.5倍、好ましくは1.02~1.4倍樹脂板が圧延されるように行なうのが有利である

- 10 一対ローラーによる加圧は数回行なうことも出来るし、また複数の一対ローラーによって加圧を行なうことも可能である。この場合、使用する一対ローラーおよびその回転条件、円周速度差はA工程において説明した条件と実質的に変わりはない。ただ円周速度差があまりに大きいと、例えば15 cm/secを超えると、樹脂板の反りが大きくなり望ましくない。通常は一対ローラーは同じ円周速度で実施されるか或いは若干の速度差で実施される。ローラー温度は
- 15 30~140℃、好ましくは60~130℃の範囲が適当である。

D工程:

- 20 前記C工程で得られた樹脂板は、被覆層が一部剝離しているかまたは極めて剝離し易い状態になっている。このD工程においてC工程からの樹脂板を流動する加熱水と接触することによってほぼ完全に被覆層を剝離することができる。このD工程は、B工程と同様特別の装置を必要とせず、簡単な容器中に行なうことができる。例えば容器中に樹脂板および加熱水を入れ攪拌すればよい。また加熱水をシャワーによって樹脂板に吹付けることによって行なうことができる。
- 25

このD工程において加熱水の温度は70~120℃、好ましくは85~95℃の温度が適当であり、接触時間は60分以下が好まし

く、通常 15 ～ 30 分が実用的である。

E 工程：

前記 D 工程により、樹脂板から被覆層が小さい細片となってほぼ完全に剥離され、透明な樹脂板が得られる。小さい細片となった被覆層は、D 工程において、加熱水中に分散しているので樹脂板を分離し、もし必要であれば簡単な水洗を施すことによって、被覆層が除去された透明な樹脂板を得ることができる。また得られた樹脂板は乾燥して回収される。

以上、本発明の A 工程～E 工程より回収された樹脂は、透明でありかつ処理前の板状の形態と比べて、若干圧延されているがほぼ同じような形態を保持している。コンパクトディスクを本発明に従って処理すると、透明な楕円形をした樹脂板が回収される。

本発明によって回収された樹脂板は、被覆層を含有せず、透明であり、品質も殆ど劣化しておらず、そのまま溶融して再利用することができる。また、同種の樹脂と混合して使用することもできるし、また他の樹脂とブレンドして利用することもできる。例えばポリカーボネート樹脂の樹脂板の場合、回収された樹脂板はそのまままたは同じポリカーボネート樹脂或いは種類の異なる他のポリカーボネート樹脂と混合して再利用して成形品として利用することができる。また、ABS 樹脂やポリエステル樹脂と混合して再利用し成形品を得ることができる。

実施例

以下に実施例を挙げてさらに本発明を説明する。なお、評価項目と測定方法は次のとおりに行った。

- 25 (1) 剥離状態・・・残留する被覆層を除去・水洗する仕上げ工程（E 工程）後の樹脂圧延板の剥離度を目視による 3 段階評価とし、剥離状態 3 を合格とした。

剥離状態 = 3：全被覆層が剥離した状態

剥離状態 = 2 : 非剥離の被覆層が部分的もしくは点状に残
存または多層被覆層の一部の層が全面に残
存した状態

剥離状態 = 1 : 被覆層が全く剥離していない状態

- 5 (2) 成形品外観…目視により、異物の有無を確認した。
- (3) 衝撃値…Vノッチ付きアイゾッド衝撃値を厚み1/8インチの
試験片でASTM D256に従って測定した。
- (4) 平均分子量…ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(M)は
溶媒として塩化メチレンを使用して Hugginsの式
10 $(\eta_{sp}/c = [\eta] + k'[\eta]^2 c, k' = 0.45)$ により極限粘度 $[\eta]$ を求め、Schnellの
式 $([\eta] = 1.23 \times 10^{-4} M^{0.83})$ によりM
を求めた。
- 15 (5) 吸水率…1辺が 50 ± 1 mm, 厚み 3 ± 0.2 mmの正方形の
板を状態調整として 50°C に保った恒温槽中で24
時間乾燥し、デシケータ中で放冷する。試験片は浸
漬液(新しい蒸留水)に 20°C で24時間浸漬し、
重量変化を計測して吸水率を求めた。

実施例 1

- 20 粘度平均分子量15,100で吸水率0.20重量%のポリカーボ
ネート樹脂製基板(1.2 mm) / アルミ蒸着層($1 \mu\text{m}$) / UVコ
ート層($5 \sim 10 \mu\text{m}$) / レーベル印刷層($20 \mu\text{m}$)の構成から
なる樹脂板Aを相対するロール間隙が0.9 mmで、表面温度を 110°C に設定した大竹機械工業製2本ロール機にて予備圧延(A工程)
- 25 した。この時の圧延条件はロール回転数=高速側16 rpm、低速
側14 rpm、ロール径=12インチ、ロール巾=24インチであ
った。圧延されたディスクの圧延倍率は1.25で、その全面の被覆
層にクラックが生じていた。次に一次熱水処理(B工程)として9

- 0℃の熱水に5分間浸漬し、主としてレーベル印刷層および保護コート層を剝離分離後、残った部分をブラシで軽くこすりレーベル印刷層および保護コート層の大部分を除去した。さらに残留する被覆層を除去するために前記ロール機でロール間隙を0.8mmで本圧延
- 5 (C工程)した結果、圧縮率11%の樹脂板を得た。その後、二次熱水処理として95℃の熱水に30分間攪拌浸漬し(D工程)、残留していたアルミ蒸着層を全て除去できた。こうして得られた圧延板は最終水洗(E工程)後、樹脂分をほとんど失うことなく透明なポリカーボネート樹脂として回収できた。
- 10 得られた圧延板を朋来(株)製粉碎機により6mmφスクリーン通過品に粉碎した後、常法によりペレット化し、120℃で5時間乾燥したのち、日本製鋼所製射出成形機により270℃で試験片を成形した。成形品中に異物は観察されず、表面上に凹凸も認められなかった。また衝撃値も5kgf・cm/cmであり、試験片の粘度
- 15 平均分子量は15,000で、初期のポリカーボネート樹脂とほぼ同等のものであった。

実施例2～6

表1の各種樹脂板を用い、表1の条件で回収した樹脂を使用する以外は実施例1と同様に実施し、結果を表1に示した。

- 20 なお、表1～3で使用した樹脂板の構成は以下のとおりである。

樹脂板A：基板／アルミ蒸着層／UVコート層／レーベル印刷層

樹脂板B：レーベル印刷層／基板／レーベル印刷層

樹脂板C：基板／レーベル印刷層

- 25 樹脂板D：レーベル印刷層／基板／アルミ蒸着層／UVコート層／レーベル印刷層

樹脂板E：基板／アルミ蒸着層／UVコート層

樹脂板F：基板／アルミ蒸着層／UVコート層／レーベル印刷層

ここで、樹脂板 A ~ E の基板は厚さ 1.2 mm、吸水率 0.20 重量%、粘度平均分子量 15,100 の芳香族ポリカーボネート樹脂（帝人化成（株）製：AD-5503）製基板であり、アルミ蒸着層の厚さは 1 μ m、UV コート層（保護コート層）の厚さは 5 ~ 10 μ m、レーベル印刷層の厚さは 20 μ m である。

また樹脂板 F の基板は、粘度平均分子量 14,700 で吸水率 0.19 重量%の共重合ポリカーボネート樹脂製の基板であり、この共重合ポリカーボネートは二価フェノール成分がビスフェノール A と 1,1-ビス（4-ヒドロキシフェニル）-3,3,5-トリメチルシクロヘキサンの 70 : 30（モル%）の共重合体である。

表 1

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6
樹脂板		A	B	A	E	C	D
ロール周速差 (cm/sec)		3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
ロール間隙 (mm)	予備圧延 (A工程)	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.8
	本圧延 (C工程)	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.7
A工程およびC工程の ロール温度 (°C)		110	110	130	130	120	110
B工程 浸漬	水温 (°C)	90	90	90	90	90	90
	時間 (分)	5	5	3	5	5	10
D工程 攪拌	水温 (°C)	95	95	85	85	90	95
	時間 (分)	30	30	30	20	30	30
剥離状態		3	3	3	3	3	3
成形品外観 (異物)		無	無	無	無	無	無
衝撃値 (kgf·cm/cm)		5	6	5	5	5	5
平均分子量 ($\times 10^3$)		15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0

実施例 7 ~ 10

圧延用ロール機として等速回転の由利ロール機械製カレンダーロール機（ロール径 = 420 mm）を用い、ロール周速を 5.3 ~ 15.8 cm/sec の範囲から任意に選択し、表 2 の各種樹脂板を用いて表 2 の条件で実施例 1 と同様に実施し、結果を表 2 に示した。

- 17 -

表 2

		実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
樹脂板		C	D	A	F
ロール周速差 (cm/sec)		無	無	無	無
ロール間隙 (mm)	予備圧延 (A工程)	0.9	0.9	0.9	0.9
	本圧延 (C工程)	0.7	0.7	0.7	0.7
A工程およびC工程の ロール温度 (°C)		130	130	130	140
B工程 浸漬	水温 (°C) 時間 (分)	85 5	85 5	85 5	85 5
D工程 攪拌	水温 (°C) 時間 (分)	95 30	95 30	95 30	95 30
剥離状態		3	3	3	3
成形品外観 (異物)		無	無	無	無
衝撃値 (kgf·cm/cm)		5	5	5	4
平均分子量 ($\times 10^3$)		15.0	15.0	15.0	14.7

比較例 1 ~ 3

条件を表3に示すように変更し、廃ディスクをそのまま粉碎したり、熱水浸漬やロール圧延を実施し、実施例1と同様に射出成形を行い試験片を得た。結果を表3に示した。

表 3

		比較例 1	比較例 2	比較例 3
樹脂板		A	A	A
ロール周速差 (cm/sec)		—	—	3.2
ロール間隙 (mm)	予備圧延 (A工程)	—	—	—
	本圧延 (C工程)	—	—	0.8
A工程およびC工程の ロール温度 (°C)		—	—	23
B工程 浸漬	水温 (°C) 時間 (分)	無 無	120 660	無 無
D工程 攪拌	水温 (°C) 時間 (分)	無	無	無
剝離状態		1	2	2
成形品外観 (異物)		有	有	有
衝撃値 (kgf·cm/cm)		1	2	2
平均分子量 ($\times 10^3$)		14.8	14.0	15.0

発明の効果

本発明によれば、従来ほとんど無価値で産業廃棄物として処理されていた樹脂板から容易にかつ透明な樹脂を回収し、再利用することを可能にし、光学式記録媒体産業の発展や地球環境保護からの資

- 19 -

源のリサイクルに大きく貢献するものであり、工業的に極めて有効である。しかもそのプロセスは簡単であり、公害の発生がなく工業的に有利である。

請 求 の 範 囲

1. 水膨潤性の透明樹脂製の基板の少なくとも片面に、金属薄膜層、印刷塗膜層または金属薄膜と印刷塗膜との層が被覆された樹脂板から該樹脂を回収するにあたり、下記工程
- 5 (a) 該樹脂板を少なくとも1つの一對のローラー間を通過させることによって圧延させる工程（A工程）、
(b) 前A工程で得られた樹脂板を加熱された水または水蒸気と接触させて該樹脂を膨潤させる工程（B工程）、
(c) 前B工程で得られた膨潤した樹脂板を少なくとも1つの一對
10 のローラー間を通過させることにより該樹脂板を加圧させる工程（C工程）、
(d) かくして得られた樹脂板を流動する加熱水と接触させる工程（D工程）および
(e) 被覆した層が剥離した樹脂板を分離する工程（E工程）
15 よりなる前記樹脂板からの樹脂の回収法。
2. A工程において樹脂板は、1.05～2倍の圧延倍率で圧延される請求項1記載の回収法。
3. A工程において、30～150℃の温度を有する一對ローラーで樹脂板を圧延する請求項1記載の回収法。
- 20 4. B工程において、50～120℃の温度に加熱された水または水蒸気を接触させる請求項1記載の回収法。
5. C工程において、膨潤した樹脂板を、その厚みの0.6～0.95倍の間隙を有する一對ローラー間を通過させることにより加圧する請求項1記載の回収法。
- 25 6. C工程において、30～140℃の温度を有する一對ローラー間を通過させることにより樹脂板を加圧する請求項1記載の回収法。
7. D工程において、樹脂板を70～120℃の温度を有する水と

接触させる請求項 1 記載の回収法。

8. 水膨潤性の透明樹脂は、0.08 重量%以上の吸水率を有する樹脂である請求項 1 記載の回収法。

5 9. 水膨潤性の透明樹脂は、芳香族ポリカーボネート樹脂またはポリメチルメタクリレート樹脂である請求項 1 記載の回収法。

10 10. 水膨潤性の透明樹脂は、芳香族ポリカーボネート樹脂である請求項 1 記載の回収法。

11. 処理すべき樹脂板は、樹脂製の基板の少なくとも片面に、金属薄膜層／印刷塗膜層が被覆されている請求項 1 記載の回収法。

10 12. 請求項 1 記載の回収法により得られた樹脂板を、そのまま或いは新しい同じ樹脂または他の樹脂と混合して熔融成形することの特徴とする前記樹脂板からの樹脂の再生方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP95/02148

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. C16 B29B17/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. C16 B29B17/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1955 - 1995

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971 - 1995

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 5-208419, A (Taiyo Denko K.K.), August 20, 1993 (20. 08. 93), Full documents (Family: none)	1 - 12
A	JP, 56-98134, A (Swiss Aluminum Ltd.), August 7, 1981 (07. 08. 81), Full documents (Family: none)	1 - 12

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"A" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

January 16, 1996 (16. 01. 96)

Date of mailing of the international search report

February 6, 1996 (06. 02. 96)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.⁶ B29B17/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.⁶ B29B17/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1955-1995年

日本国公開実用新案公報

1971-1995年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 5-208419, A (大洋電工株式会社), 20. 8月. 1993 (20. 08. 93), 全文献 (ファミリーなし)	1-12
A	JP, 56-98134, A (スイス・アルミニウム・リミテッド), 7. 8月. 1981 (07. 08. 81), 全文献 (ファミリーなし)	1-12

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日
若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献
(理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日
の後に公表された文献

- 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と
矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のため
に引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規
性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文
献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性
がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

16. 01. 96

国際調査報告の発送日

06.02.96

名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

菅 谷 光 雄 ㊞

4 F 7 6 1 9

電話番号 03-3581-1101 内線

3432

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.